**参桂鹿茸丸中酸枣仁的含量测定方法**

**【含量测定】 酸枣仁** 照高效液相色谱法（中国药典2020年版四部通则0512）和质谱法（中国药典2020年版四部通则0431）测定。

**色谱、质谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（色谱柱2mm×150mm，3μm），以乙腈为流动相A，以0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表程序梯度洗脱，流速为每分钟0.3ml。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0 | 20 | 80 |
| 5 | 95 | 5 |
| 5.1 | 20 | 80 |
| 9 | 20 | 80 |

采用三重四级杆质谱检测器，电喷雾负离子化（ESI）负离子模式多反应监测（MRM），检测离子对见下表：

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 测定成分 | 定量离子对m/z | 定性离子对m/z |
| 酸枣仁皂苷A | 1205.7（双电荷）→1073.6 | 1205.7（双电荷）→749.6 |
| 酸枣仁皂苷B | 1043.8（双电荷）→911.3 | z1043.8（双电荷）→749.0 |

理论板数按酸枣仁皂苷A峰计算应不低于4000。

**对照品溶液的制备** 取酸枣仁皂苷A对照品、酸枣仁皂苷B对照品适量，精密称定，加甲醇分别制成每1ml各含0.2μg的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品水蜜丸适量，研细，取约8g，精密称定；或取重量差异项下的大蜜丸或装量差异项下的小蜜丸适量，剪碎，混匀，取约10g，精密称定，加5g硅藻土，混匀，加甲醇100ml超声1小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水30ml使溶解，用水饱和正丁醇萃取5次，每次30ml，合并正丁醇层，蒸干，残渣加甲醇溶解，转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各2µl，注入液相色谱-质谱联用仪，测定，即得。

本品含酸枣仁以酸枣仁皂苷A（C58H94O26）和酸枣仁皂苷B（C52H84O21）的总量计，水蜜丸每1g不得少于0.30μg；大蜜丸每1g不得少于0.18μg；小蜜丸每1g不得少于0.18μg﹝规格（1）﹞，不得少于0.23μg﹝规格（2）﹞。

**注：**【制法】 以上三十九味，白术、陈皮、木香、砂仁、沉香、当归、川芎、肉桂八味粉碎成粗粉，其余人参等三十一味加等量黄酒装罐蒸24小时，与上述粗粉掺匀，干燥，粉碎成细粉，过筛，混匀，每100g粉末加炼蜜50～60g及适量的水，制成水蜜丸，干燥，即得；或每100g粉末加炼蜜130～140g制成小蜜丸，即得﹝规格(1)﹞或大蜜丸，即得；或每100g粉末加炼蜜110～120g制成小蜜丸,即得﹝规格(2)﹞。